

# Caractérisation expérimentale d'un élastomère en fonction de la température

A. VANDENBROUCKE<sup>a</sup>, H. LAURENT<sup>a</sup>, N. AÏT HOCINE<sup>b</sup>, G. RIO<sup>a</sup>

*a. Laboratoire d'Ingénierie des MATériaux de Bretagne, Université Européenne de Bretagne, Université de Bretagne Sud (UBS), rue St Maudé, 56321 LORIENT cedex, FRANCE*

*b. Laboratoire d'Ingénierie des MATériaux de Bretagne, Université Européenne de Bretagne, Université de Bretagne Occidentale (UBO), 6 av. Victor Le Gorgeu, 29238 BREST cedex3, FRANCE*

## Résumé :

*L'objectif de ce travail est d'étudier la tenue d'un élastomère fluoro-carboné (FKM) en température. Différents essais mécaniques expérimentaux (traction et compression cyclés et relaxations) ont été réalisés à des températures allant de  $-15^{\circ}\text{C}$  à  $150^{\circ}\text{C}$  pour étudier le comportement du matériau.*

## Abstract :

*The aim of this study is to investigate an (FKM) fluoro-carbon elastomer in temperature. Several experimental tests (tensile and compression cyclic loadings and relaxations) have been performed for a range of temperature from  $-15^{\circ}\text{C}$  to  $150^{\circ}\text{C}$  to examine the material behaviour.*

**Mots clefs :** Elastomère, Essais mécaniques, Relaxation, Température

## 1 Introduction

De nos jours, les élastomères sont fréquemment utilisés dans beaucoup d'applications industrielles comme l'automobile et l'aéronautique. Ces matériaux sont généralement sujets à de sévères chargements cycliques, mécaniques et thermiques. Tous ces effets entraînent une dégradation des performances du matériau pouvant aller jusqu'à l'apparition de fissures et finalement à la rupture de la structure. Dans ce travail, nous nous intéressons à l'influence de la température dans la tenue des élastomères.

Le problème du comportement mécanique des élastomères sous l'influence de la température n'est que partiellement traité dans la littérature et peu de modèles sont ainsi proposés [1, 2, 3]. Ces modèles ne sont malheureusement pas suffisamment robustes. Une des difficultés majeure rencontrée lors de l'établissement de ces modèles réside dans l'identification expérimentale des paramètres matériaux prenant rigoureusement en compte les effets de la température [4, 5, 6, 7].

Dans cet article, plusieurs essais expérimentaux réalisés sur un élastomère à différentes températures sont présentés. Ce travail expérimental préliminaire doit permettre l'identification d'une loi de comportement thermomécanique pour ce type de matériau. L'idée consiste à intégrer les effets de la température dans un modèle original phénoménologique d'hyper-visco-hystérésis existant, prenant en compte les effets hyperélastique, visqueux et hystérique [8, 9]. Une première série d'essais à température ambiante, de traction, de compression avec des cycles de charge-décharge et de relaxation est décrite. Ces essais ont ensuite été étendus aux basses températures (jusqu'à  $-15^{\circ}\text{C}$ ). Un essai original de relaxation au cours duquel la température évolue est finalement proposé.

Le matériau étudié est un élastomère synthétique fluoro-carboné (FKM), le Viton<sup>®</sup>. Cet élastomère possède d'excellentes performances aux hautes températures et aux agressions chimiques. Ses propriétés dépendent de la teneur en fluorine, des composés fluoro-élastomère et de la structure des réseaux des chaînes de copolymère [10, 11]. Ce matériau présente un comportement non-linéaire, visco-élastique dans les grandes déformations. Sa température de transition vitreuse  $T_g$  se situe autour de  $-19^{\circ}\text{C}$ .

## 2 Étude à température ambiante

Cette première série d'essais a été réalisée à température ambiante à l'aide d'une machine de traction INSTRON sous déformation contrôlée avec une cellule de  $1\text{ kN}$ . En traction, les déformations locales ont été mesurées à l'aide d'une caméra vidéo. Les échantillons de traction sont des éprouvettes classiques de type  $H2$  (longueur= $25\text{ mm}$ , largeur= $4\text{ mm}$  et d'épaisseur= $2\text{ mm}$ ). Les plots de compression sont cylindriques avec une hauteur de  $25.5\text{ mm}$  et un diamètre de  $18\text{ mm}$ . L'utilisation d'un lubrifiant entre les plateaux de compression

a permis d'obtenir un état homogène de compression uniaxiale. Au moins trois essais ont été effectués pour vérifier la reproductibilité des résultats et l'un d'entre eux a été choisi comme représentatif du comportement du matériau.

## 2.1 Essais cycliques de charge/décharge

Ces essais ont été effectués à température ambiante avec une vitesse de déformation de  $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  correspondant à une vitesse de déplacement de  $5 \text{ mm/min}$ . Les essais cyclique en compression consistent à charger et décharger successivement un échantillon trois fois de suite pour un taux de déformation de 30%. De la même manière, d'autres essais ont été réalisés en imposant un cycle de charge-décharge en compression de 10%, puis 20% et finalement 30% (Fig. 1). Les mêmes essais ont été réalisés en traction jusqu'à 50% et comparés avec des taux de 10%, 20%, 30%, 40% et 50% successivement imposés en traction. Pour ces essais, la réponse du matériau est indiquée en contrainte nominale (force axiale,  $F$ , divisée par la section initiale) en fonction de l'élongation ( $\lambda = L/L_0$ , longueur/longueur initiale).

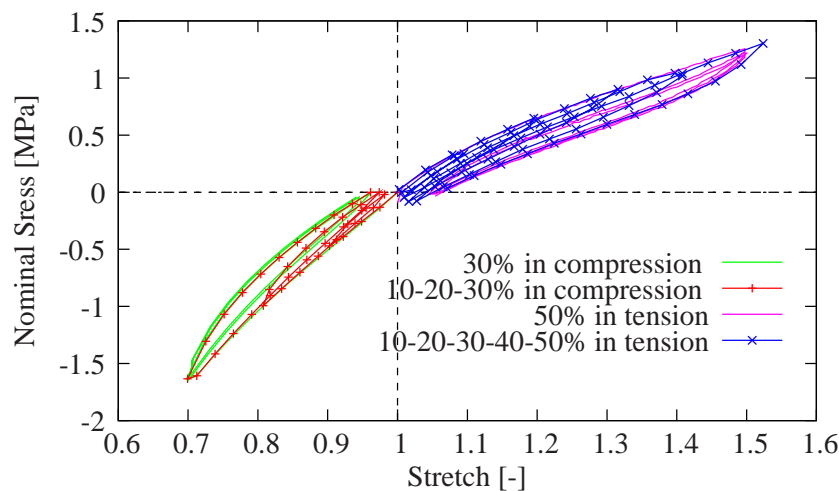


FIG. 1 – Essais de traction et de compression cyclés pour différents taux de déformations imposés.

D'après la figure 1, l'élastomère présente un comportement visco-hyperélastique. Les courbes de contraintes-élongations montrent un effet d'hystérésis significatif. Cette hystérésis est représentée par la zone comprise entre le chargement et le déchargement. Au cours de chaque chargement de déformation d'amplitude constante, le matériau s'adoucit jusqu'à un état quasi stationnaire présentant une boucle d'hystérésis constante (*effet Mullins*). La plupart de l'adoucissement se produit au cours du premier cycle de chargement, mais cet adoucissement est réduit comparé à d'autres élastomères sachant que cet adoucissement dépend également des taux de déformations imposés [12, 13, 14, 15].

Une comparaison entre les essais en traction et en compression montre également que le matériau présente un comportement non symétrique entre ces deux états de charge. La courbe avec les taux de déformations successives de 10%-20%-30% en compression suit la courbe maîtresse pour un taux de déformation de 30%. Le même phénomène est observé pour l'essai de traction. Le matériau n'est pas donc influencé par les sollicitations intermédiaires.

## 2.2 Essais de relaxation

La viscosité du matériau est analysée à l'aide d'essais de relaxation pour des sollicitations en compression et de traction pour différents taux de chargement (Figs. 2 et 3 respectivement). Pour ces essais, la vitesse de déformation appliquée au cours de l'étape de chargement est de  $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . La relaxation en contrainte est enregistrée durant 900s pour les deux types d'essais. Sur ces courbes, nous utilisons la contrainte normalisée, obtenue grâce au rapport :  $\sigma_{norm} = \frac{\sigma}{\sigma_{max}}$  où  $\sigma_{max}$  est la contrainte maximum atteinte avant la phase de relaxation. On remarque que les différents taux de chargement appliqués (20%, 30% et 40% en compression et 20%, 30%, 40% et 50% en traction) ont peu d'influence sur la réponse en relaxation du matériau.

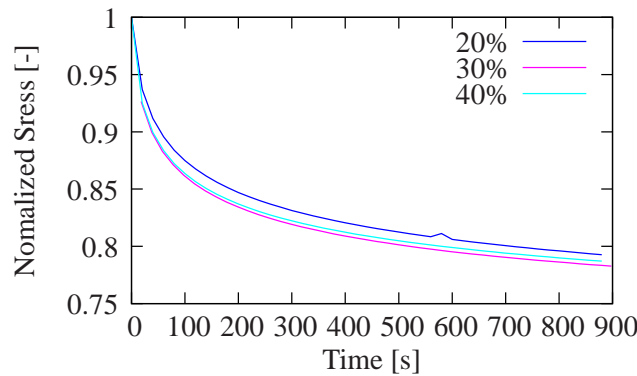


FIG. 2 – Essais de relaxation en compression pour des taux de déformations de 20, 30 et 40% suivi d'un temps de relaxation de 900s.

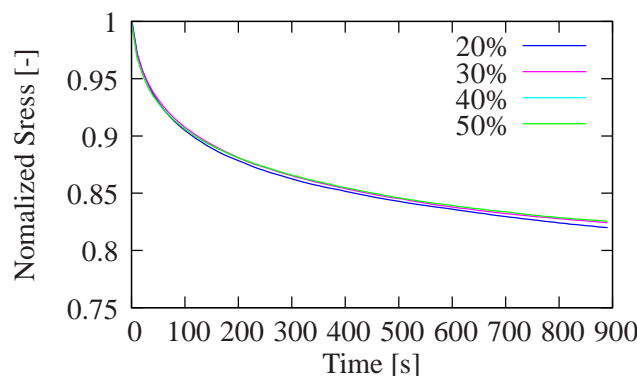


FIG. 3 – Essais de relaxation en traction pour des taux de déformation de 20, 30, 40 et 50% suivi d'un temps de relaxation de 900s.

### 3 Influence de la température

L'influence des basses températures sur les propriétés mécaniques de l'élastomère a été étudiée à l'aide des mêmes types d'essais qu'à température ambiante. Pour les températures étudiées, nous avons utilisé la machine de traction INSTRON équipée d'une enceinte thermique régulée. Afin de vérifier l'homogénéité de la distribution de la température, un échantillon témoin a été équipé d'un thermocouple en son centre. Les essais ont été réalisés après un chauffage préalable de 1h30 de l'enceinte thermique et un contrôle de la température au sein de l'échantillon témoin.

#### 3.1 Essais de charge/décharge en traction et en compression

Trois cycles de charge-décharge en traction et en compression ont été réalisés pour différentes températures. La figure 4 montre que la réponse du matériau est non linéaire, dépendant de la température. Avec la diminution de la température une rigidification du matériau se manifeste qui se caractérise par une forte augmentation de la contrainte aux faibles déformations. Pour la température de  $-15^{\circ}\text{C}$ , la plus proche de la température de transition vitreuse, on peut noter l'apparition d'un début de plateau qui pourrait s'apparenter à de la plasticité du matériau. Ce comportement a été également constaté pour les thermoplastiques en dessous de température de transition vitreuse [16, 17]. Il faut aussi noter que la déformation obtenue à la fin de la décharge (en traction ou en compression) augmente fortement avec la diminution de la température.

#### 3.2 Essais de relaxation en température

Une série d'essais de relaxation en compression et en traction a été effectuée pour différentes températures (Fig. 5). On constate une nette augmentation de la relaxation avec la diminution de la température pour les deux types de relaxation (en compression et en traction).

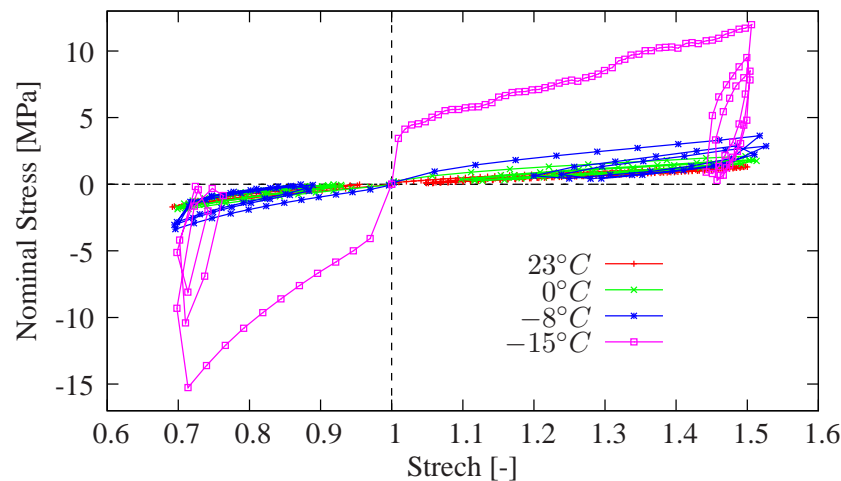


FIG. 4 – Essais de charge/décharge en traction et en compression pour des températures comprises entre  $23^{\circ}\text{C}$  et  $-15^{\circ}\text{C}$ .

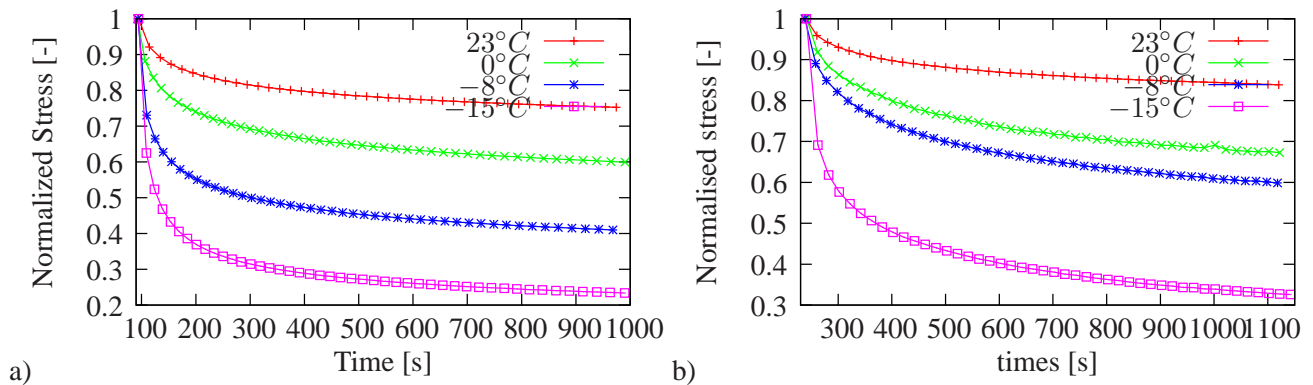


FIG. 5 – Essais de relaxation pour des températures comprises entre  $23^{\circ}\text{C}$  et  $-15^{\circ}\text{C}$  : a) en compression b) en traction.

### 3.3 Essais de relaxation avec un cycle de température

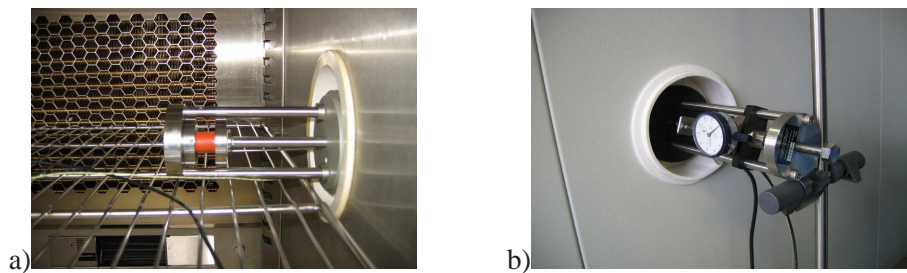


FIG. 6 – Dispositif de relaxation pour la réalisation de cycles de température : a) Plateaux de compression situés dans l'enceinte thermique, b) Cellule de force et capteur de déplacement placés à l'extérieur de l'enceinte thermique.

Afin d'étudier l'influence de la température sur le comportement en relaxation, un essai original de relaxation en compression avec un cycle de température a été réalisé (Fig. 6). Ce test permet de caractériser la viscosité du matériau dans le cas où la température évolue au cours de l'essai. Au cours de ce test, un plot de compression est introduit dans une enceinte thermique. Il est chargé jusqu'à 30% de déformation entre deux plateaux de compression équipés d'une cellule de force de  $1\text{ kN}$ . La cellule de force et le capteur de déplacement sont placés en dehors de l'enceinte pour éviter toutes perturbations de mesures liées aux températures imposées. L'échantillon est sollicité pendant 1,5 jours avec des variations de température allant de  $-40^{\circ}\text{C}$  à  $+150^{\circ}\text{C}$  comme indiqué sur la figure 7.

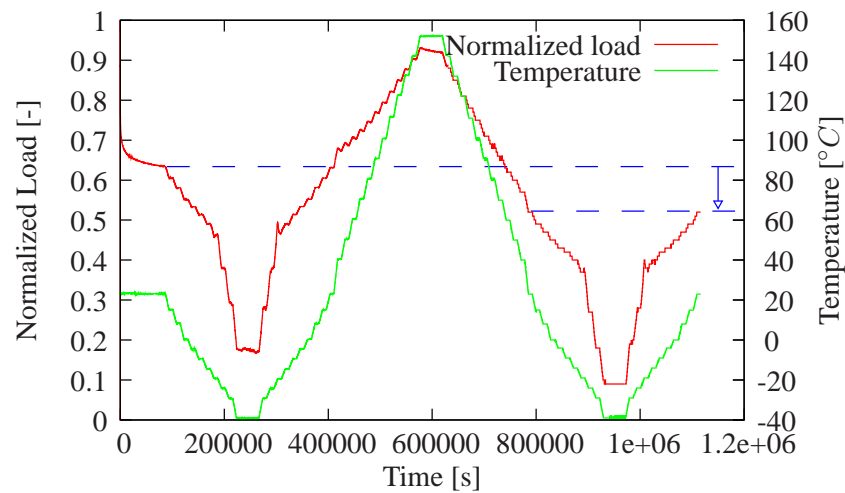


FIG. 7 – Évolution de la force pour un essai de relaxation en compression en fonction de la température

A la fin de la relaxation, le plot de compression présente une perte de force non négligeable (trait pointillé) résultant du passage à haute température. C'est le passage à haute température qui semble affecter le comportement du matériau. Ce phénomène pourrait être à l'origine des chutes d'étanchéité présent, par exemple, dans le cas d'un joint en caoutchouc dans un système hydraulique à haute pression subissant des cycles thermiques de grandes amplitudes.

## 4 Conclusion

Dans cette étude, nous avons examiné le comportement mécanique d'un élastomère (le Viton) en fonction de la température. Le matériau présente un comportement complexe de part ses propriétés de quasi-incompressibilité et d'hystérésis. Différents essais expérimentaux ont été effectués en traction et compression pour des cycles de charge-décharge et en relaxation pour différents taux de déformation.

A température ambiante, en traction et en compression, le matériau n'est pas influencé par les déformations intermédiaires. Le taux de déformation est indépendant de sa réponse en relaxation. Ces essais ont été ensuite réalisés pour des basses températures jusqu'à  $-15^{\circ}\text{C}$ . Pour des températures proches de la  $T_g$ , une rigidification du matériau apparaît qui s'apparente au comportement des thermoplastiques. Un nouvel essai de relaxation au cours duquel la température évolue, a montré également l'influence du passage aux hautes températures dans le comportement de l'élastomère.

A partir de cette base de données expérimentale, une simulation du comportement thermomécanique, utilisant un modèle hyper-visco-hystérétique, est en cours. Les essais de relaxation pour les cycles de température à forte amplitude seront particulièrement discriminants pour la validation de ce modèle.

## Remerciement

Ce travail est financé par la région Bretagne sous le numéro 211-B2-9/ARED.

## Références

- [1] Berardi G., Jaeger M., Martin R., and Carpentier C. Modeling of a thermo-viscoelastic coupling for large deformation through finite element analysis. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 39, 3911–3924, 1996.
- [2] Chadwick P. Thermo-mechanics of rubberlike materials. 276, 371–401, 1974.
- [3] Ogden R. W. On the thermoelastic modeling of rubberlike solids. *Journal of thermal Stresses*, 15, 533–557, 1992.
- [4] Spetz G. Development in low temperature testing of rubber materials. Technical report, 2001.
- [5] Beatty J. R. and Davies J. M. Time and stress effects in the behavior of rubber at low temperature. *Rubber of Chemistry and Technology*, 23, 54–66, 1950.
- [6] Gehman S. D., Jones P. J., C. S. Wilkinson J., and Woodford D. E. Low temperature stiffening of elastomers. *Rubber of Chemistry and Technology*, 23, 770–785, 1950.
- [7] Brazier D. W. and Nickel G. H. Application of tma for rapid evaluation of low temperature properties of elastomer vulcanizates. *Rubber of Chemistry and Technology*, 52, 735–747, 1979.

- [8] Laurent H., Vandenbroucke A., Couedo S., Rio G., and Hocine N. A. An hyper-visco-hysteretic model for elastomeric behaviour under low and high temperatures : experimental and numerical investigations. In Boukamel A., Laiarinandrasana L., Meo S., and Verron E., editors, *Constitutive Models for Rubber V*, pages 47–52. Taylor and Francis, 2007.
- [9] Zrida M., Laurent H., Rio G., Pimbert S., Grolleau V., Masmoudi N., and Bradai C. Experimental and numerical study of polypropylene behavior using an hyper-visco-hysteresis constitutive law. *Computational Materials Science*, doi :10.1016/j.commatsci.2008.11.017, 2008.
- [10] Ameduri B., Boutevin B., and Kostov G. Fluoroelastomers : synthesis, properties and applications. *Progress in Polymer Science*, 26, 105–187, 2001.
- [11] Mitra S., Ghanbari-Siahkhalil A., Kingshott P., Almdal K., Rehmeier H. K., and Christensen A. G. Chemical degradation of fluoroelastomer in alkaline environment. *Polymer Degradation and Stability*, 83, 195–206, 2004.
- [12] Lion A. A constitutive model for carbon black filled rubber : experimental investigation and mathematical representation. *Continuum of Mechanics and thermodynamics*, 8, 153–169, 1996.
- [13] Amin A. F. M. S., Alam M. S., and Okui Y. An improved hyperelasticity relation in modelling viscoelasticity response of natural and high damping rubbers in compression : experiments, parameters identification and numerical verification. *Mechanics of Materials*, 34, 75–95, 2002.
- [14] Amin A. F. M. S., Lion A., Seikita S., and Okui Y. Nonlinear dependence of viscosity in modeling the rate-dependent response of natural and high damping rubbers in compression and shear : Experimental identification and numerical verification. *International Journal of Plasticity*, 22, 1610–1657, 2006.
- [15] Diani J., Brieu M., and Gilormini P. Observation and modeling of the anisotropic viscohyperelastic behavior of a rubberlike material. *International Journal of Solids and Structures*, 43, 3044–3056, 2006.
- [16] Richeton J., Ahzi S., Vecchio K. S., Jiang F. C., and Adharapurapu R. R. Influence of temperature and strain rate on the mechanical behavior of three amorphous polymers : Characterization and modeling of the compressive yield stress. *International Journal of Solids and Structures*, 43, 2318–2335, 2006.
- [17] Arruda E. M., Boyce M. C., and Jayachandran R. Effect of strain rate, temperature and thermomechanical coupling on the finite deformation of glassy polymers. *Mechanics of Materials*, 19, 193–212, 1995.